

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tembaga (Cu), timbal (Pb), kadmium (Cd) dan seng (Zn) dapat berada di dalam badan perairan secara alamiah dan sebagai dampak aktivitas manusia. Logam Pb dan Cd merupakan dua dari tiga logam berat yang sangat beracun (selain merkuri). Jika penanganan limbahnya tidak dikelola dengan baik, maka akan dapat menjadi dampak yang sangat buruk terhadap lingkungan (Dermentzis, *et al.*, 2012). Pb(II) dan Cd(II) menyebabkan keracunan, menunjukkan efek buruk pada ginjal, hati, jantung, pembuluh darah dan sistem kekebalan tubuh. Selain itu Pb(II) dan Cd(II) menyebabkan kelainan kromosom, alergi kulit, kanker dan keguguran pada ibu hamil (Houlbreque, *et al.*, 2011; Shahryar, *et al.*, 2011; Shih *et al.*, 2004). Sumber antropogenik utama elemen-elemen ini adalah pembakaran bahan bakar, emisi industri, pennis dan pewarna kimia (Alonso, *et al.*, 2006). Logam Cu(II) dan Zn(II) merupakan logam esensial. Jika jumlahnya didalam tubuh melewati ambang batas, maka akan menjadi toksik (Jaiswal, *et al.*, 2012). Ambang batas logam Cu(II), Pb(II), Cd(II) dan Zn(II) masing-masingnya adalah 2 mg/L, 0,01 mg/L, 0,003 mg/L, 3 mg/L (Gyamfi, *et al.*, 2012; UNEP., 2007). Oleh sebab itu dibutuhkan metoda yang sederhana, sensitif, selektif dan murah untuk penentuan dan pemantauan logam berat secara terus menerus dalam sampel makanan dan air.

Metode untuk analisis ion-ion logam diantaranya metoda *Atomic Absorption Spectrometry (AAS)* (Acar., 2012; Mendil, *et al.*, 2009), *Inductively*

Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS) (Suo, *et al.*, 2008; Cizdziel, *et al.*, 2007; Hennebruder, *et al.*, 2004; Milne, *et al.*, 2010) dan metoda *Inductively Coupled Plasma Atomic Optical Emission Spectrophotometry (ICP-OES)* (Bakircioglu, *et al.*, 2013; Isil., 2008), *Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy (ICP-AES)* (Zhang, *et al.*, 2007; Kagaya, *et al.*, 2009). Namun, metoda ini membutuhkan biaya yang mahal untuk operasional secara rutin, serta biaya pemeliharaan yang cukup mahal (Richard, *et al.*, 2005; Shams, *et al.*, 2004). Oleh sebab itu, diperlukan suatu metoda alternatif yang dapat mengatasi keterbatasan dari metoda tersebut.

Voltametri stripping adsorptif dipilih sebagai alternatif metoda karena memiliki banyak kelebihan antara lain, kadar garam yang tinggi dari air laut tidak mengganggu dalam analisis, memiliki sensitivitas tinggi, limit deteksi rendah pada skala ng/L (ppt), penggunaan mudah dan preparasi sampel yang mudah, analisis cepat, dapat mendeteksi secara serentak (4-6 logam), infra struktur yang murah (Deswati, *et al.*, 2012; Zhang, *et al.*, 2001; Ensafi, *et al.*, 2001; Barek, *et al.*, 2001; Barek, *et al.*, 2005; Wang, 2006; Wang dan Ye., 2008; Lee, *et al.*, 2007; Torma, *et al.*, 2008; Kristie, *et al.*, 2010; Deswati, *et al.*, 2013). Metoda ini bisa dilakukan untuk penentuan secara simultan Cd, Cu dan Pb (Deswati, *et al.*, 2012), simultan Pb dan Cd (Guell, *et al.*, 2008) dalam air laut. Hampir semua metoda penentuan logam dalam konsentrasi yang sangat kecil memerlukan waktu yang cukup lama pada tahap prekonsentrasi sebelum pengukuran. Pada Voltametri Stripping Adsorptif tahap prekonsentrasinya waktunya lebih singkat, umumnya kurang dari 1 menit (Wang, 2006; Guell, *et al.*, 2008; Amini, *et al.*, 2005).

Penentuan logam secara serentak dengan metoda

Voltammetri Stripping Adsorptif menggunakan berbagai jenis pengomplek telah dilakukan seperti, kalkon (Deswati, *et al.*, 2013), mureksid (Deswati, *et al.*, 2014), kalsein (Deswati, *et al.*, 2015), oxine (Ali, *et al.*, 2014), asam 2,2-ditiosalisilat (Mohammad, *et al.*, 2011), morin (Shams, *et al.*, 2003), luminol (Shahryar, *et al.*, 2011), 2-merkaptobenzo tiazol (Shahryar, *et al.*, 2011), tetapi untuk batas deteksi pengukurannya masih dalam skala $\mu\text{g/L}$, sehingga tidak dapat menentukan jumlah logam pada sampel yang memiliki konsentrasi lebih rendah (Mohammad, *et al.*, 2011), sedangkan metoda Adsorptif stripping Voltammetri mampu mendeteksi hingga skala ng/L (Wang dan Ye., 2008; Lee, *et al.*, 2007; Torma, *et al.*, 2008), sehingga dapat mendeteksi logam berat di perairan yang kemungkinan jumlah logam beratnya sangat kecil seperti didalam sumber air minum. Meskipun dalam jumlah kecil logam berat sangat berbahaya jika masuk kedalam tubuh secara terus-menerus. Pada penelitian yang dilakukan digunakan Alizarin sebagai pengomplek, sehingga dapat menentukan logam Pb, Cd, Zn dan Cu secara serentak dalam jumlah yang runtu.

Penggunaan Alizarin sebagai pengomplek telah dilakukan untuk penentuan logam Zn dengan Metoda SWAdSV (Ahmad., 2010), prekonsentrasi pada ICP-OES (Reem., 2012), prekonsentrasi pada FAAS (Yamei, *et al.*, 2015), tetapi hanya mampu mengalisa logam dalam keadaan tunggal serta batas deteksinya masih tinggi yaitu pada skala $\mu\text{g/L}$ hingga skala mg/L . Voltammetri stripping adsorptif merupakan suatu teknik yang sangat sensitif (Jugade, *et al.*, 2006), respon yang diperoleh berupa arus puncak (I_p) sangat dipengaruhi oleh variabel-variabel (parameter) berikut yaitu: konsentrasi pengompleks (Alizarin), kondisi pH, potensial akumulasi dan waktu akumulasi. Oleh sebab itu sangat

penting untuk menentukan optimasi dari parameter- parameter tersebut, yang akan mempengaruhi terhadap pengukuran arus puncak dalam rangka untuk meningkatkan kualitas hasil analisis (Paolicchi, *et al.*, 2004). Hasil optimasi logam Cu, Pb, Cd dan Zn akan diaplikasikan pada sampel air kran dan dibandingkan dengan metoda AAS.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan pada latar belakang diatas, maka dapat dirumuskan bahwa logam berat Cu, Pb, Cd dan Zn dapat menunjukkan efek toksikologis hanya dalam konsentrasi yang kecil, maka diperlukan suatu metoda yang selektif dan sangat sensitif untuk mendeteksi keberadaan logam tersebut. Oleh karena itu permasalahan yang akan dapat dijawab dari Penentuan logam Cu, Pb, Cd dan Zn secara serentak dengan metoda AdSV dan alizarin sebagai pengomplek adalah:

1. Berapakah nilai optimum konsentrasi Alizarin, pH, waktu akumulasi dan Potensial akumulasi pada penentuan logam Cu, Pb, Cd dan Zn dengan metoda AdSV?
2. Berapakah nilai standar deviasi relatif (SDR), perolehan kembali (recovery) dan batas deteksi pada penentuan logam Cu, Pb, Cd dan Zn dengan metoda AdSV?
3. Apakah ada gangguan dari ion-ion lain pada penentuan logam Cu, Pb, Cd dan Zn dengan metoda AdSV?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan kondisi optimum dari penentuan masing-masing ion logam Cu, Pb, Cd dan Zn dengan metoda Voltammetri stripping adsorptif menggunakan alizarin sebagai pengompleks, dengan menggunakan Beberapa parameter, antara lain: variasi konsentrasi Alizarin (0,1 – 0,9 mM), pH (3-9), potensial akumulasi (-0,05 – -0,7 V) dan waktu akumulasi (30 – 100 detik). Untuk menentukan ketelitian, ketepatan dan kesensitifan metoda ditentukan standar deviasi relatif (SDR), perolehan kembali (recovery) dan batas deteksi (limit deteksi), serta gangguan gangguan ion yang diusulkan.

1.4 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat melengkapi informasi dasar dalam penentuan simultan ion logam berat (Cd, Cu, Pb dan Zn) secara voltammetri stripping adsorptif, sehingga dapat diaplikasikan untuk sampel air (air laut, air sungai, air mineral, air limbah dan air kran). Selain itu hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumbangan terhadap perkembangan ilmu pengetahuan terutama tentang ilmu lingkungan di bidang kimia analisis yang kadar analitnya runut. Metoda yang diusulkan dapat dijadikan sebagai metoda alternatif untuk penentuan ion-ion logam disamping metoda Spektrofotometri Serapan Atom. Kemudian dapat bermanfaat bagi mahasiswa, masyarakat, pemerintah dan berbagai industri yang menggunakan metoda ini nantinya.

